

## BRIGHT ANNEALING PROCESS

Patent Number: **JP54148112**  
Publication date: **1979-11-20**  
Inventor(s): **NAKAGAWA SHIGESABUROU**  
Applicant(s): **NAKAGAWA KK**  
Requested Patent: **JP54148112**  
Application Number: **JP19780057314 19780515**  
Priority Number(s): **JP19780057314 19780515**  
IPC Classification: **C21D1/26; C21D1/74; C22F1/08**  
EC Classification:  
Equivalents: **JP1244180C, JP59019187B**

---

### Abstract

---

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - I2

THIS PAGE BLANK (USPTO)

## ⑫公開特許公報 (A)

昭54-148112

⑬Int. Cl.<sup>2</sup>  
C 21 D 1/26  
C 21 D 1/74  
C 22 F 1/08

識別記号 ⑭日本分類  
10 A 741  
10 L 16  
10 A 710.1

⑮内整理番号  
7217-4K  
7217-4K  
7109-4K

⑯公開 昭和54年(1979)11月20日  
発明の数 1  
審査請求 有

(全 5 頁)

## ⑭光輝焼純法

市川市八幡 4-14-20

⑭特 願 昭53-57314

中川株式会社

⑭出 願 昭53(1978)5月15日

東京都台東区柳橋1丁目29番7  
号

⑭發明者 中川繁三郎

⑭代 理 人 弁理士 篠浦清

## 明細書

## 1. 発明の名称 光輝焼純法

## 焼純法。

## 2. 特許請求の範囲

3. 混合ガスによる炉内の洗浄を炉内圧力が  
1/100 気圧程度の減圧下で実施する特許請  
求の範囲第1項又は第2項記載の光輝焼純法。

4. 升温工程、焼純工程及び冷却工程において  
炉の内外圧力差を 0.01 kPa/cm<sup>2</sup> 程度とする特許  
請求の範囲第1項から第3項までのいずれか  
1項記載の光輝焼純法。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は真ちゅうその他の鋼合金を実質的  
に酸素を含有しない水素ふん団気中で光輝焼  
純する方法に関するものである。

従来真ちゅう等の光輝焼純に当つてはペ  
ル炉又はボット炉中で水素の還元ふん団気中  
でこれを行つているが、この場合大量の水素  
ガスを流して炉内の空気を置換しなければな  
らないので水素ガスの消費量が多くて不経済  
であるのみならず、水素と空気中の酸素との  
混合による爆発の危険もあり作業の安全管理  
の面で困難な問題をもつてゐる。

1. 真ちゅう等の鋼合金を実質的に酸素を含有  
しない水素ふん団気中で光輝焼純するに際し、  
上記の金属材料を収容した密閉焼純炉内を一  
たん真空にしてから液体ちつ素からのちつ素  
ガスと水素ポンベからの水素ガスとを混合し  
た混合ガスを炉内に少量供給してこれら混  
合ガスにより該金属材料並びに炉内の脱酸素  
及び脱湿のための洗浄を減圧下に反覆して行い、  
然る後この焼純炉内に外圧よりも若干高い内  
圧となるように上記の混合ガスを供給しつつ  
この混合ガスを補給しながら外圧よりも若干  
高い内圧を維持して炉内を金属材料の焼純温  
度まで昇温保持し引続き同一圧力条件下に冷却  
してから金属材料を炉内より取出すことを特  
徴とする光輝焼純法。

2. 混合ガス中における水素ガスの分圧を4%  
程度とした特許請求の範囲第1項記載の光輝

又炉内ガスの露点をかなり下げておかないとガス中の水分が焼純時に熱分解して金属材料の表面を酸化するので十分な光輝焼純の効果は達成されない。

そこで光輝焼純炉に比較的安価でしかも大量に還元性ふん囲気を供給する方法として炉内でアンモニアクラッキングを行いちつ素と酸素との混合ガスふん囲気を現出する方法も提案されているが、この方法の場合そのふん囲気ガス中から水分を除去してその露点を十分に下げるには復雑で高価な設備を必要とする。

本発明はこのような問題点を解消するためになされたもので、以下これを詳述する。

光輝焼純すべき金属材料を収容した密閉焼純炉の内部を一たん  $2 \text{ mHg}$  程度の真空中にしてから液体ちつ素からのちつ素ガスと水素ポンベからの水素ガスを適宜に混合して水素ガスの分圧 4 % 前後の混合ガスとしたものを少量宛注入し、これら混合ガスにより該金属材料並びに炉内の脱酸素及び脱湿のための洗浄を

減圧下に反覆して行い、然る後焼純温度までの加熱昇温中は膨脹する炉内のガス圧を逃すことも兼ねて焼純炉内に外圧よりも若干高い内圧となるように上記のちつ素と水素との混合ガスを注入しその際一方の口からは内部のちつ素と水素ガスを逃げるのを許すと共に該混合ガスを他方の口より補給して絶えず炉内の圧力を外圧よりも若干高めに維持せしめる。

そこで焼純温度、例えば真ちゅうの場合約  $500 \sim 550^\circ\text{C}$  に達したら暫時例えば  $30 \sim 60$  分そのままの温度に保持し、次に冷却の段階では炉内の収縮するガス体積に見合う以上の混合ガスを供給して絶えず炉内圧力が外圧よりも若干高くなるようにしておく。

このようにしてちつ素と水素の混合ふん囲気中で冷却してから金属材料を炉内より取出すことによって所期の光輝焼純が達成される。

本発明の実施において炉内をちつ素と水素との混合ガスで洗浄するときの炉内の減圧度は  $1/100$  気圧以下とするのが望ましく、又

この洗浄工程、焼純工程次の冷却工程における水素ガスの分圧は 4 % 程度で十分であり、前出の昇温工程、焼純工程、冷却工程における炉内外の圧力差は  $0.01 \text{ kp}$  程度であればよい。

以上本発明法による利点を要約して別記すると次の通りである。

- (1) ちつ素源として液体ちつ素を用いているので酸素含有量は非常に少く又水分もないため焼純すべき金属材料の酸化度が余り進んでいない場合には高価な水素の使用量が非常に少くて済み経済的に極めて有利である。
- (2) しかも焼純工程及びその前後の工程を水素ガスの分圧 4 % 程度の水素とちつ素との混合ガス中で実施するので爆発限界外で操業できるので作業管理面で極めて有利であり、又低コストで実施できることにもなる。
- (3) 烧純炉内を一たん  $2 \text{ mHg}$  位にまで真空中にしてから上記の混合ガスで  $1/100$  気圧

程度の減圧下で反覆して炉内を洗浄するので金属材料に付着ないし発生していた或いは炉内に残存していた微量の酸素ガス及び水分を系外に除去できるので、次の焼純工程では水素ガスの分圧が低い混合ガスふん囲気中でも十分な光輝焼純の効果が達成される。

- (4) 升温工程、焼純工程及び冷却工程では炉内の混合ガスの圧力を絶えず外圧よりも  $1/100$  気圧程度高くしているのでが内に外気の入り込むおそれもなく安全であり、又所望の光輝焼純の効果が保証される。
- (5) 少量の混合ガスで炉内及び炉内の金属材料を予め洗浄する予備工程を設けたことにより光輝焼純の工程（その前後の昇温及び冷却も含む）に使用される混合ガスの使用量が極めて少くて済み、しかも高価な水素ガスは該混合ガス中 4 % 前後と少量であるので、一層有利であり、かつ安全である等その工業的価値大である。

以下に本発明の実施例を示す。

F-1 の第1図において④は伸線機で伸線した丹銅 (Cu 85%) の線材を示しこれを約 500 m の線束 (コイルでもよい) としてある。

この線材④は伸線の際には予め約 300 °C で完全に蒸発し、しみの原因となる残渣を残さぬような潤滑剤を用いること、及び、捲取装置前に拭取装置を設置して余分の油等を出来るだけ拭取つておくことが肝要である。トリクレーンによる脱脂は極めて行わない方がよく、適宜な油を選び且つよく拭取れば、線材表面に微量に油分が残つていても、又それを密にコイル等に捲取つても真空下に加熱することにより蒸発して仕上りに余り影響ない。

このような線材④を架台⑨の上に設けられた下部電気炉⑩上に架設されたポール⑪に引かけて横むがポール⑪は束が崩れないように積むためのものであり、その他製品によつて

は適宜に設けられた棚等が用いられる。

次にマツフル (保護容器) ⑬をクレーンで吊上げて、電気炉⑩にかぶせてから、締金⑭を締めて、マツフルと炉台間を密封する。マツフルの内径は約 1,100 mm、高さ 1,400 mm 内容積約 1,300 l である。浄却管⑮に水を流し、次いでベル型電気炉⑩のスイッチを入れ、加熱を開始すると同時に第2図に示す真空ポンプ⑯のスイッチを入れる。尚その前にバルブ V-③をしめ V-④を開けるが、バルブ V-③、V-④、V-⑥は閉まつてある。約 10 分后にはマツフル⑬内の温度は 50 °C 以上に達する、又真空度は 2-3 mmHg となる。そこでバルブ V-③、V-⑥を開け、微量注入バイパス回路⑭の圧力を調整して、極めて少量ずつ一大体 1.3 l / 分水-混合ガスを流して、マツフル内の残量空気を完全に置換する (約 10 分間)。この際真空度を 8 mmHg 即ち、1/100 気圧以上にならぬように注意する。混合ガスは液体ちつ聚タンク⑮からの

N<sub>2</sub> と水素ポンペ⑯からの H<sub>2</sub> を容量比 96:4 位にしたもので、自動混合装置⑮で混合を行い、レシーバタンク⑯に貯められる。この操作で、一気圧下だと 10 回マツフル内の空気を交換するに要する 1.3 l のガスの 1/100 の 0.13 l でもつて同様の比率で O<sub>2</sub> の含有率を下げることが出来又気圧が 1/100 以下なので更に 1/100 以下に O<sub>2</sub> 含有率を下げることが出来る。即ち  $\frac{1}{100}$  のガスで 100 倍の効果を上げることが出来、もし、N<sub>2</sub>+H<sub>2</sub> ガス中の O<sub>2</sub> 含有量が 1 PPm 以下なら略マツフル内の O<sub>2</sub> 含有量も 1 PPm 以下にすることが出来る。

次にバルブ V-①をしめ真空ポンプのスイッチを切り、バルブ V-④をしめバルブ V-③を開け、急速にマツフル内にガスを充たす。

真空ゲージ⑯は 760 mmHg に戻り、マツフル内の温度の上昇につれて 7-10 mmHg / 分の速度で内圧が上昇してくる。

バルブ V-③を締め、真空ゲージ⑯によつて

上昇する内圧 (正圧) が約 8 mmHg (0.01 kPa) 以内に止まるように、バルブ V-③を開き、膨張するガスを逃がす。(0-1.8 l / 分)、約 2 時間でマツフル内の温度は丹銅線の十分な焼純温度である 550 °C に達する。バルブ V-④を再び開き、微量バイパス⑭を用いて微量のガスを補給しながら、約 1 時間そのままに保つ。

約 1 時間の保持時間後に電気炉のスイッチを切り、クレーンで吊り上げて除く。マツフルを急速に冷却するには冷却フードをかぶせて冷水噴霧を行うか、冷風を吹付ける。この際常に微量ガス注入バイパス⑭の圧力を調整して、マツフル内が減圧状態にならないように注意する。

マツフル内の温度が 50 °C 位まで下がつてから微量バイパス⑭を閉じ、バルブ V-③を開いて空気を注入し、マツフルを除き、品物を取出す。

丹銅線は完全に純され、(拡張力約 2.8 ~

30 kPa/m<sup>2</sup>) 且つその光沢、色沢は全く損わ  
れない。

真ちゆう線 (65%Cu、35%Znの場合) は  
550°CではZnの蒸発が激しいためか光沢  
が失われる所以、500°C以下で行つた方が  
よい。470°C位で行うと、美しい光沢が損  
われない。

以上の如く、本発明の方法によると、

① 使用するガス量が極めて少ないとても拘らず  
(上記500°Cの焼純において、9.6%N<sub>2</sub> +  
4%N<sub>2</sub>ガスの使用量は一回最大4m<sup>3</sup>にすぎない)

② 液体ちつ素からのN<sub>2</sub>ガスを主成分とし、H<sub>2</sub>  
ガスを約4%含む、極めて安全なガス (H<sub>2</sub>  
の爆発限界4.1%) であると同時に、マツ  
フル内の空気即ちO<sub>2</sub>を置換除去すること  
が出来る。

③ 同時に揮発性の油を除いて、色沢に悪影響  
を与えない。

④ 極めて光沢のある、又色沢においても優れ

たCu合金の焼純が行われる。

⑤ 設備費、ガス代共コストが安く酸洗及びそ  
れに伴う手間と、公害防止費用を勘案する  
と非常に経済的である。

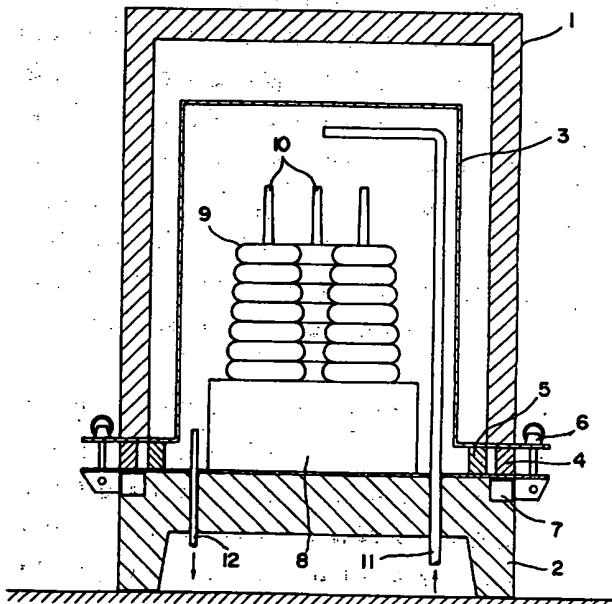
#### 図面の簡単な説明

第1図は本発明方法の実施に用いられた光  
輝焼純炉の断面見取図、第2図は本発明方法  
の実施例における回路図である。

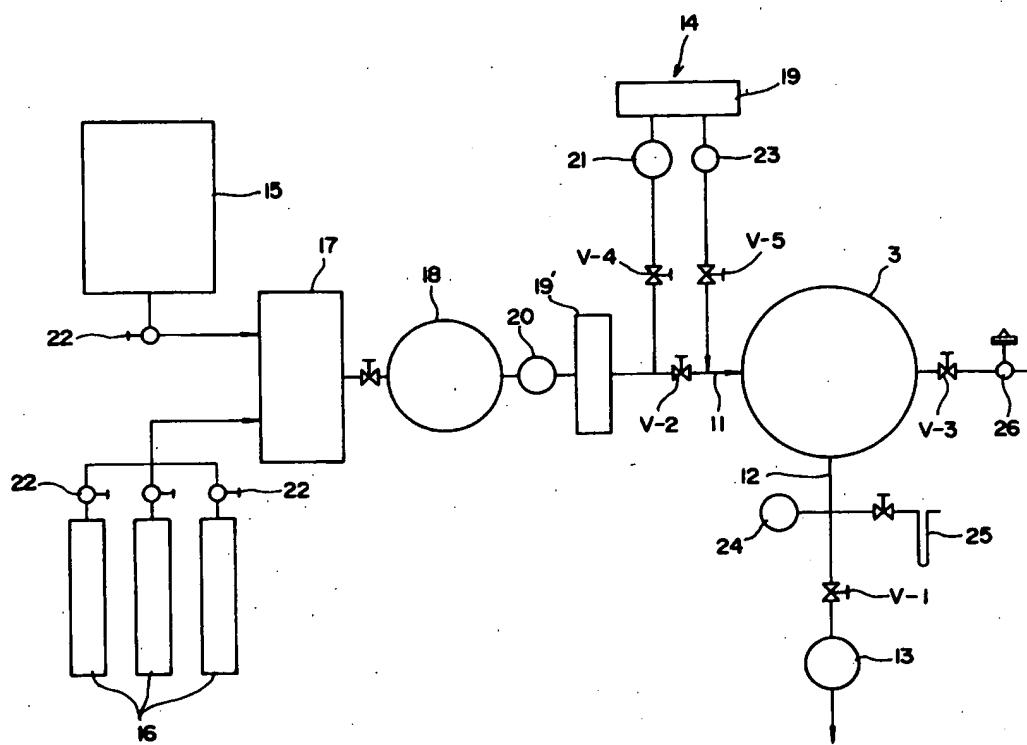
- 1 ----- ベル型電気炉
- 2 ----- 架台
- 3 ----- マツフル
- 4 ----- ゴムパッキング
- 5 ----- 耐熱シール
- 6 ----- 緒金
- 7 ----- 冷却管
- 8 ----- 下部電気炉
- 9 ----- 線材
- 10 ----- ポール
- 11 ----- ガス入口

- 12 ----- 排気口
- 13 ----- 真空ポンプ
- 14 ----- 微量注入バイパス
- 15 ----- 液体ちつ素タンク
- 16 ----- 水素ポンベ
- 17 ----- 自動ガス定量混合装置
- 18 ----- レシーバタンク
- 19 ----- 流量計 (容量0~30L/分)
- 20 ----- 一次圧力調整器
- 21 ----- 二次
- 22 ----- 圧力調整器およびバルブ
- 23 ----- 逆止弁
- 24 ----- パッキュームゲージ
- 25 ----- マノメータ
- 26 ----- レリーズバルブ
- V-1~V-5-----バルブ

第一図



第 2 図



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**